

工业亚磷酸

1 范围

本标准规定了工业亚磷酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。  
本标准适用于工业亚磷酸。该产品主要用作亚磷酸盐、合成纤维和有机磷农药等的生产原料,还用于生产高效水处理剂氨基三亚甲基膦酸。

分子式: $\text{H}_3\text{PO}_3$   
相对分子质量:81.99(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 190—1990 危险货物包装标志
- GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685 : 1982)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)
- HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 要求

- 3.1 外观:白色结晶。
- 3.2 工业亚磷酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合格品
亚磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_3$ )质量分数/%	$\geq 99.0$	98.0	97.0
氯化物(以 Cl 计)质量分数/%	$\leq 0.001$	0.01	0.02
铁(Fe)质量分数/%	$\leq 0.000\ 5$	0.001	0.005
磷酸盐(以 $\text{PO}_4$ 计)质量分数/%	$\leq 0.1$	0.2	0.6
硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计)质量分数/%	$\leq 0.000\ 5$	0.008	0.01

## 4 试验方法

### 4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 操作者必须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。使用易燃品时, 严禁使用明火加热。

### 4.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

### 4.3 亚磷酸含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

在试验溶液中, 以百里香酚酞为指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定, 根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量, 确定亚磷酸含量。

#### 4.3.2 试剂

4.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) \approx 1.0 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.2 百里香酚酞指示液。

#### 4.3.3 分析步骤

称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 80 mL 水溶解, 加 3 滴百里香酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色即为终点。同时作空白试验。

#### 4.3.4 结果计算

亚磷酸含量以亚磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_3$ )的质量分数  $w_1$  计, 数值以%表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100 = \frac{(V - V_0)cM}{10m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

$M$ ——亚磷酸( $1/2\text{H}_3\text{PO}_3$ )的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M=41.00$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

### 4.4 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

在硝酸介质中, 试验溶液中氯离子与硝酸银生成难溶的氯化银, 当氯离子含量较低时, 在一定时间内氯化银呈悬浮体, 使溶液浑浊。试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

#### 4.4.2 试剂

4.4.2.1 硝酸溶液: 1+3。

4.4.2.2 硝酸银溶液: 17 g/L。

4.4.2.3 氯化物标准溶液: 1 mL 溶液含氯(Cl) 0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

#### 4.4.3 分析步骤

优等品称取  $(3.00 \pm 0.01)$  g 试样, 一等品、合格品称取  $(0.50 \pm 0.01)$  g 试样, 置于 50 mL 比色管中, 加入 20 mL 水溶解, 再加入 2 mL 硝酸溶液、2 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 10 min。所

呈浊度不得大于标准比浊液。

标准是优等品移取 3.00 mL、一等品移取 5.00 mL、合格品移取 10.00 mL 氯化物标准溶液置于 50 mL 比色管中,与试料同时同样处理。

## 4.5 铁含量的测定

### 4.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

### 4.5.2 试剂

GB/T 3049—1986 第 3 章及

#### 4.5.2.1 氨水。

#### 4.5.2.2 盐酸溶液:2+3。

### 4.5.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

### 4.5.4 分析步骤

#### 4.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中第 5.3 条操作,选用 3 cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

#### 4.5.4.2 分析步骤

优等品称取约 8 g 试样,一等品和合格品称取约 2 g,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 40 mL 水溶解;于另一烧杯中加入 40 mL 水作为空白试验溶液。将试验溶液和空白试验溶液,分别转移到 100 mL 容量瓶中,然后按 GB/T 3049—1986 中第 5.4.1 条从“用氨水溶液……”开始进行操作。

### 4.5.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1000} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{10m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.000 1%;一等品和合格品不大于 0.000 2%。

## 4.6 磷酸盐含量的测定

### 4.6.1 方法提要

试验溶液中的磷酸根离子,与加入的镁混合液反应,生成难溶物呈悬浮体,使溶液浑浊,试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

### 4.6.2 试剂

#### 4.6.2.1 氨水溶液:2+3。

#### 4.6.2.2 盐酸溶液:1+4。

4.6.2.3 镁混合溶液:称取 5.5 g 氯化镁和 7 g 氯化铵置于 200 mL 烧杯中,加 65 mL 水溶解,再加 35 mL 氨水溶液,放置 24 h,必要时过滤。

#### 4.6.2.4 磷酸盐标准溶液:1 mL 溶液含磷酸盐( $\text{PO}_4$ )0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 4.6.3 分析步骤

#### 4.6.3.1 试验溶液的制备

称取 $(1.00 \pm 0.01)$ g 试样,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.6.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 溶液,置于 25 mL 比色管中,加 5 mL 氨水溶液和 5 mL 镁混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10min 后,所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准是优等品移取 1.00 mL、一等品移取 2.00 mL、合格品移取 6.00 mL 磷酸盐标准溶液,分别置于 25 mL 比色管中,用盐酸溶液调节  $\text{pH} \approx 2$  后,与试料同时同样处理。

### 4.7 硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计)含量的测定

#### 4.7.1 方法提要

在盐酸介质中,试验溶液中硫酸根与氯化钡生成难溶的硫酸钡呈悬浮体,使溶液浑浊,试验溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

#### 4.7.2 试剂

4.7.2.1 盐酸溶液:1+9。

4.7.2.2 二水氯化钡溶液:250 g/L。

4.7.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐( $\text{SO}_4$ )0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.7.3 分析步骤

优等品称取 $(3.00 \pm 0.01)$ g 试样、一等品和合格品称取 $(1.00 \pm 0.01)$ g 试样,置于 25 mL 比色管中,加约 10 mL 水溶解,加入 0.5 mL 盐酸溶液和 1 mL 氯化钡溶液,稀释至刻度,摇匀,放置 15min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是优等品移取 1.50 mL、一等品移取 8.00 mL、合格品移取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

### 5 检验规则

5.1 本标准要求中的所有指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 生产厂用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的亚磷酸为一批。每批产品不超过 25 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期,采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业亚磷酸应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业亚磷酸都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业亚磷酸进行验收。验收应在货到之日起一个月内进行。

5.6 检验结果中如有指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

### 6 标志、标签

6.1 工业亚磷酸包装桶或袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190—1990 中规定的“腐蚀品”标志和 GB/T 191—2000 中

规定的“怕雨”标志,并在包装中附有“危险化学品安全技术说明书”。

6.2 每批出厂的工业亚磷酸都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 7 包装、运输、贮存

7.1 工业亚磷酸产品采用密封、全开口桶或符合有关运输安全规定的高强度复合包装袋包装。每批包装材料的性能和检验方法应符合有关规定。

7.2 工业亚磷酸产品的桶包装为三层包装:内衬两层聚乙烯塑料袋,外套包装采用密封全开口铁桶或纤维板桶。两层内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;铁桶或纤维板桶用桶盖盖好,用卡紧圈卡紧,用 T 形铁销销好。每桶工业亚磷酸的净含量 25 kg 或 50 kg。

7.3 工业亚磷酸产品的袋包装为三层包装:内衬两层聚乙烯塑料袋,外袋为涂膜聚丙烯编织袋。两层内袋将空气排出后用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋采用维尼龙绳或其他质量相当的线缝口,缝线整齐,针距均匀,无漏线或跳线现象。每袋工业亚磷酸的净含量 25 kg。

7.4 工业亚磷酸在运输过程中应防潮、防雨、防晒,并严禁与碱性、易燃物、氧化剂类货物共运。

7.5 工业亚磷酸在贮存过程中应防潮、防雨、防晒,并不得与碱性、易燃物、氧化剂类货物混贮。

---